



BREVET D'INVENTION

9-25-00
Linda
B.

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 05 MAI 2000

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS Cédex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30

THIS PAGE BLANK (USPTO)

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES

17 JUIN 1999

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9907678

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT

75 INPI PARIS

DATE DE DÉPÔT

17 JUIN 1999

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande de brevet européen

☒ demande initiale

☐ brevet d'invention

n° du pouvoir permanent

références du correspondant

téléphone

B 13160/GP 01 53 83 94 00
R 354

☐ certificat d'utilité n°

date

Établissement du rapport de recherche

☐ différé

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☐ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

**PROCEDE ET INSTALLATION DE MISE EN OEUVRE D'UNE REACTION CHIMIQUE
TRIPHASIQUE SOUS PRESSION.**

3 DEMANDEUR (S)

n° SIREN

code APE-NAF

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

COMPAGNIE GENERALE DES MATIERES NUCLEAIRES

Forme juridique

Nationalité (s)

Française

Adresse (s) complète(s) **rue Paul Dautier 78140 VELIZY-VILLACOUBLAY** Pays **FRANCE**

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre ☐

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS

antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire)

J. LEHU
422-5/S002

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION

SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

[Signature]

[Signature]

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DEPARTEMENT DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg B 13160/GP
75800 Paris Cédex 08
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9907678

TITRE DE L'INVENTION :

PROCEDE ET INSTALLATION DE MISE EN OEUVRE D'UNE REACTION
CHIMIQUE TRIPHASIQUE SOUS PRESSION.

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

J. LEHU
c/o BREVATOME
25 rue de Ponthieu
75008 PARIS

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

Pietro BILARDELLO

12 bis rue Falret
92170 VANVES

Nicolas DURUPT

20 rue du Général du Bessol
87100 LIMOGES

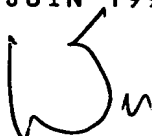
FRANCE

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

PARIS LE 17 JUIN 1999

J. LEHU
422-5/S002



PROCEDE ET INSTALLATION DE MISE EN OEUVRE D'UNE
REACTION CHIMIQUE TRIPHASIQUE SOUS PRESSION

DESCRIPTION

5

Domaine technique

L'invention concerne un procédé et une installation conçus pour mettre en oeuvre une réaction chimique triphasique sous pression, telle qu'une
10 réaction de réduction d'un produit liquide par un agent réducteur gazeux, en présence d'un catalyseur solide.

L'invention peut s'appliquer dans tous les cas où une réaction chimique quelconque met en présence une phase gazeuse et deux phases non gazeuses, dont l'une
15 au moins est liquide. Selon le cas, l'autre phase non gazeuse est soit solide, soit également liquide.

Une application privilégiée concerne la réaction de réduction du nitrate d'uranyle en nitrate uraneux, dans laquelle l'agent réducteur est de
20 l'hydrogène sous pression et le catalyseur est constitué par du platine sur un support en silice.

Etat de la technique

Les réactions triphasiques, telles que les
25 réactions de réduction qui s'effectuent en présence d'un catalyseur, sont mises en oeuvre dans des réacteurs chimiques. Dans la plupart des cas, on utilise des réacteurs à lit fixe, des réacteurs à agitation mécanique, ou des réacteurs à lit fluidisé.

30 Dans les réacteurs à lit fixe, le produit liquide à traiter et l'agent réducteur gazeux circulent à co-courant ou à contre-courant vers le haut dans le réacteur, en traversant le catalyseur solide, celui-ci

étant retenu de façon fixe, à un niveau déterminé du réacteur.

5 Dans les réacteurs à agitation mécanique comme dans les réacteurs à lit fluidisé, le catalyseur solide est en suspension au sein de la phase liquide, à l'intérieur du réacteur.

10 Dans le cas des réacteurs à agitation mécanique, la suspension du catalyseur solide est assurée par un brassage mécanique des différentes phases en présence à l'intérieur du réacteur.

Dans le cas des réacteurs à lit fluidisé, c'est le déplacement du fluide (liquide ou gazeux) qui crée la mise en suspension du catalyseur solide, au-delà d'un certain seuil de vitesse.

15 Certaines réactions chimiques triphasique se caractérisent par des conditions opératoires particulières telles que la présence d'une phase gazeuse sous pression et le caractère fortement exothermique de la réaction. La réaction de réduction
20 du nitrate d'uranyle en nitrate uraneux appartient à cette catégorie. Ainsi, la pression d'hydrogène est comprise de préférence entre environ 30 bars et environ 60 bars. Par ailleurs, la réaction produit 33 kcal/mole d'uranium converti, alors qu'il est souhaitable de se
25 situer de préférence entre environ 10°C et environ 20°C pour éviter les réactions parasites.

Actuellement, ce type de réaction utilisant un gaz réducteur sous pression est mis en oeuvre industriellement dans des réacteurs à lit fixe.
30 Toutefois, cette technologie présente un certain nombre d'inconvénients.

Ainsi, les réacteurs à lit fixe présentent une perte de charge importante, du fait que le liquide doit

traverser le lit de catalyseur et l'élément fritté. Ce phénomène, qui impose de soumettre le catalyseur à une pression élevée, favorise le décollement de sa partie active par rapport à son support, par attrition. Il en découle des risques de corrosion des soudures du corps du réacteur et de l'élément fritté, qui risque également d'être obstrué par les fines particules décollées. Afin de prévenir ces risques, il est nécessaire de changer régulièrement l'élément fritté retenant le catalyseur (par exemple, toutes les 300 heures) ainsi que le corps du réacteur (par exemple, une fois par an).

Par ailleurs, le fonctionnement d'un tel réacteur implique un gradient de température entre la partie haute chaude et la partie basse froide. Le contrôle de la température du milieu, nécessaire afin d'éviter les réactions parasites lorsque la réaction de réduction est fortement exothermique, nécessite d'avoir recours à un nombre relativement important de capteurs de température (par exemple, cinq). En effet, la présence de points chauds (fréquents dans les réacteurs à lit fixe), liés à des différences de réactivité, est difficilement décelable.

En outre, dans les réacteurs à lit fixe, la baisse d'activité du catalyseur nécessite un renouvellement régulier de celui-ci (par exemple, une fois par an).

Si, les produits traités sont dangereux ou radioactifs, le remplacement des pièces mobiles en contact avec ces produits nécessite d'effectuer une intervention complexe pour garantir la sécurité.

Parmi les autres réacteurs utilisés actuellement pour effectuer des réactions triphasiques,

les réacteurs à agitation mécanique assurent un très bon contact entre les phases. Cependant, ils favorisent l'attrition du catalyseur solide. De plus, ils ont pour inconvénients une consommation énergétique élevée et des problèmes d'étanchéité dus à la présence de pièces mobiles traversant les parois.

Par ailleurs, les réacteurs à lit fluidisé restent généralement limités en ce qui concerne les transferts de matières et de chaleur, ce qui peut poser des problèmes délicats dans le cas d'une réaction fortement exothermique. De plus, le débit d'alimentation de la phase liquide est plafonné à des valeurs relativement faibles.

Par ailleurs, on connaît des réacteurs de type "gazosiphon", qui comprennent une région centrale, appelée "riser" et une région annulaire appelée "downcomer", séparées par une cloison cylindrique. Dans ces réacteurs, une boucle de recirculation liquide est créée en injectant un gaz dans la partie basse de la région centrale, de façon à assurer une circulation ascendante dans cette région centrale et une circulation descendante dans la région annulaire.

Actuellement, les réacteurs de ce type ne sont utilisés industriellement que dans des domaines très spécifiques qui sont le traitement des eaux résiduelles, les fermentations en aérobie (domaine agro-alimentaire) et la croissance de micro-organisme (domaine pharmaceutique). Ces appareils fonctionnent à pression atmosphérique ou sous pression modérée (inférieure à 5 bars).

Exposé de l'invention

L'invention a précisément pour objet un procédé et une installation conçus pour mettre en oeuvre une réaction triphasique sous pression en supprimant tous les inconvénients des techniques utilisées jusqu'à présent à cet effet et notamment en exigeant une maintenance réduite, en permettant un contrôle simplifié de la réaction et en autorisant une automatisation du chargement, de la vidange et de la régénération du catalyseur, lorsqu'il existe.

A cet effet, il est proposé un procédé de mise en oeuvre d'une réaction chimique triphasique sous pression, impliquant une phase gazeuse et deux phases non gazeuses, dont l'une au moins est liquide, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- mise en circulation, en boucle fermée et à co-courant, des deux phases non gazeuses, dans un réacteur, par injection de la phase gazeuse dans le bas d'une région centrale du réacteur, de façon à créer une circulation ascendante dans ladite région centrale et descendante dans une région annulaire du réacteur, séparée de la région centrale par une cloison cylindrique ;
- séparation et récupération, dans une région supérieure du réacteur, de la phase gazeuse en excès et d'une fraction liquide correspondant au débit d'alimentation en phase liquide ;
- acheminement séparé de la phase gazeuse en excès et de la fraction liquide dans un séparateur haute pression extérieur au réacteur ; et
- régulation de la pression dans le réacteur et du niveau dans le séparateur haute pression, par réglage

d'un débit de gaz et d'un débit de liquide sortant du séparateur haute pression.

L'utilisation d'un réacteur de type gazosiphon associé à un séparateur haute pression permet de
5 réguler de façon simple la pression et le niveau dans le réacteur, tout en bénéficiant des avantages procurés par ce type de réacteur.

De préférence, on récupère la fraction liquide dans la région supérieure du réacteur, par un piquage
10 latéral placé derrière une paroi profilée infléchissant la circulation vers la région annulaire du réacteur et on filtre la fraction liquide des éventuelles traces d'une phase solide, telle qu'un catalyseur, entraîné à l'entrée de ce piquage.

15 Dans une application préférée de l'invention, on met en œuvre une réaction de réduction sous pression d'un produit liquide par un agent réducteur gazeux, en présence d'un catalyseur solide.

De préférence, dans cette application préférée
20 de l'invention, on régénère périodiquement le catalyseur solide à l'intérieur du réacteur, en mettant en oeuvre les étapes suivantes :

- vidange de la phase liquide ;
- remplissage du réacteur en eau ;
- 25 - barbotage à l'aide d'un gaz inerte, pendant un temps déterminé ;
- vidange de l'eau.

L'invention concerne notamment la réaction de réduction du nitrate d'uranyle par l'hydrogène, en
30 présence de platine sur un support en silice.

L'invention a également pour objet une installation de mise en oeuvre d'une réaction chimique triphasique sous pression, impliquant une phase gazeuse

et deux phases non gazeuses, dont l'une au moins est liquide, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 5 - un réacteur incluant une région centrale et une région annulaire, séparées par une cloison cylindrique, des moyens pour injecter la phase gazeuse dans le bas de la région centrale, pour créer une circulation en boucle fermée et à co-courant des deux phases non gazeuses, ascendante dans la région centrale et descendante dans la région annulaire ;
- 10 ledit réacteur incluant de plus une région supérieure de séparation et de récupération de la phase gazeuse en excès et d'une fraction liquide correspondant au débit d'alimentation en phase liquide ;
- 15 - un séparateur haute pression extérieur au réacteur et relié à la région supérieure de celui-ci, afin d'acheminer séparément dans le séparateur la phase gazeuse en excès et la fraction liquide ; et
- 20 - des moyens de réglage d'un débit de gaz et d'un débit de liquide sortant du séparateur haute pression, afin de réguler la pression dans le réacteur et le niveau dans le séparateur haute pression.

Brève description des dessins

25 On décrira à présent, à titre d'exemple non limitatif, un mode de réalisation préféré de l'invention, en se référant aux dessins annexés, dans lesquels :

30 - la figure 1 est une vue en coupe partielle qui représente schématiquement une installation conforme à l'invention ; et

 - la figure 2 est une vue en coupe à plus grande échelle qui représente la région supérieure du réacteur de la figure 1.

Description détaillée d'un mode de réalisation préféré de l'invention

Sur la figure 1, on a représenté de façon très schématique les principaux composants d'une installation conçue pour mettre en oeuvre une réaction de réduction sous pression conformément à l'invention.

Cette installation comprend principalement un réacteur 10, de type gazosiphon. Le réacteur 10 inclut notamment une enveloppe extérieure 12 de forme sensiblement cylindrique, d'axe vertical. L'enveloppe 12 présente un fond bombé 12a, surmonté d'une partie cylindrique 12b de diamètre uniforme, qui s'évase en 12c dans la partie haute du réacteur, avant d'être fermée par une partie 12d sensiblement horizontale.

La région inférieure 14 du réacteur 10, délimitée à l'intérieur du fond bombé 12a, constitue une zone d'introduction de liquides. Cette zone est délimitée vers le haut par une plaque de répartition 16, telle qu'une cloison poreuse, une plaque perforée ou tout dispositif équivalent, apte à assurer une distribution uniforme du liquide vers le haut, dans une région centrale 18 du réacteur. L'injection du liquide dans la région inférieure 14 est assurée par au moins une canalisation 20 traversant le fond 12a.

La partie du réacteur 10 située au-dessus de la plaque de répartition 16 est délimitée extérieurement par la partie cylindrique 12b de diamètre uniforme de l'enveloppe 12. Elle comprend la région centrale 18 et une région annulaire 22 entourant cette région centrale et séparée de celle-ci par une cloison cylindrique 24, de diamètre uniforme, centrée sur l'axe vertical du réacteur. Le bord inférieur de la cloison cylindrique 24 est suffisamment espacé de la face supérieure de la

plaque de répartition 16 pour permettre une recirculation des fluides. La plaque de répartition 16 peut être constituée d'éléments frittés permettant le passage du liquide et empêchant la fuite de particules de catalyseur vers la région inférieure 14.

Les gaz sont introduits dans le réacteur 10 par une canalisation 26 qui débouche vers le haut dans la partie basse de la région centrale 18, au travers d'un dispositif de répartition 28 tel qu'un pommeau, une couronne perforée ou un élément fritté. Les gaz issus du dispositif 28 et s'écoulant vers le haut dans la région centrale 18 sont illustrés par les flèches F2 sur la figure 1.

Le bord supérieur de la cloison cylindrique 24 est situé sensiblement au niveau du bas de la partie évasée 12c de l'enveloppe extérieure 12 du réacteur. La région supérieure 30 du réacteur située à l'intérieur de cette partie évasée 12c forme une zone de désengagement. C'est dans cette zone que s'effectuent la séparation des liquides et des gaz ainsi que la récupération séparée de chacun d'entre eux.

De façon plus précise, une fraction liquide est récupérée par un piquage latéral 32 qui débouche horizontalement dans la région supérieure 30, en dessous du niveau N du liquide dans cette zone.

Comme l'illustre plus en détail la figure 2, le piquage latéral 32 débouche dans la région supérieure 30 derrière une paroi profilée 34. Cette paroi 34 est centrée sur l'axe vertical du réacteur et double intérieurement la partie supérieure évasée 12c de l'enveloppe extérieure 12, à distance de celle-ci et sur la majeure partie de sa hauteur. Ainsi, le bord supérieur de la paroi profilée 34 est espacé de la

partie sensiblement horizontale 12d de l'enveloppe
extérieure 12. Par ailleurs, la partie basse 34a de la
paroi profilée 34 forme un entonnoir ou une trémie qui
infléchit vers le bas la circulation du mélange
5 liquide-solide arrivant dans la région supérieure 30,
afin de faciliter un écoulement descendant de ce
mélange dans la région annulaire 22.

Un filtre 36 destiné à retenir les particules
de catalyseur solide, éventuellement entraînées, est
10 placé à l'entrée du piquage latéral 32, au niveau de la
partie supérieure évasée 12c de l'enveloppe 12 du
réacteur. Comme l'illustre mieux la figure 2, ce filtre
36 est monté sur un support tubulaire amovible 38,
normalement reçu de façon étanche dans le piquage
15 latéral 32. L'étanchéité est assurée par exemple au
moyen de joints d'étanchéité toriques 40. Les liquides
captés par le piquage latéral 32 quittent le réacteur
par une canalisation de trop plein 42, raccordée sur un
trou 44 formé dans le support tubulaire 38. Le bas de
20 ce trou 44 détermine le niveau N du liquide dans la
région supérieure 30 du réacteur 10.

Par ailleurs, l'évacuation des gaz en excès,
séparés des liquides dans la région supérieure 30,
s'effectue par un piquage vers le haut 46 qui traverse
25 la partie sensiblement horizontale 12d de l'enveloppe
extérieure 12 du réacteur 10. Les gaz qui s'échappent
du réacteur par le piquage 46 sont évacués par une
canalisation 48 dont l'entrée peut être munie d'un
dispositif de dévésiculage 50.

30 En se reportant à nouveau à la figure 1, on
voit que l'installation comporte en outre, à
l'extérieur du réacteur 10, un séparateur haute
pression 52 dans lequel débouchent les canalisations 42

et 48 véhiculant respectivement les phases liquide et gazeuse issues du réacteur. Plus précisément, l'agencement relatif entre le piquage latéral 32 et le séparateur haute pression 52 est tel que les phases
5 liquides sortant du réacteur 10 s'écoulent par gravité dans le séparateur.

Les phases liquides issus du séparateur haute pression 52 s'écoulent par gravité dans le fond de celui-ci, au travers d'une canalisation 54 contrôlée
10 par une vanne 56.

Par ailleurs, les phases gazeuses issues du séparateur 52 s'écoulent de la partie supérieure de celui-ci par une canalisation 58 contrôlée par une vanne 60.

15 Cet agencement permet de contrôler efficacement la pression et le niveau dans le réacteur 10 et dans le séparateur haute pression 52, en agissant à la fois sur les vannes 56 et 60.

La mise en oeuvre de cette installation va à
20 présent être décrite, dans le cadre de la réaction de réduction sous pression du nitrate uranylé en nitrate uraneux par l'hydrogène, en présence d'un catalyseur constitué par du platine sur un support en silice.

Le catalyseur est introduit dans le réacteur 10
25 par une conduite 62 débouchant vers le bas au travers de la partie sensiblement horizontale 12d de l'enveloppe 12 du réacteur, au-dessus de la région centrale 18.

On introduit également dans le réacteur en
30 continu, par la canalisation 20, le liquide constitué par le nitrate d'uranylé à réduire mélangé à de l'acide nitrique, dans l'application considérée.

Par ailleurs, on injecte en continu l'hydrogène sous pression par la canalisation 26. Ce gaz a une triple fonction :

- assurer la pression dans l'installation ;
- 5 - assurer une bonne circulation du fluide à l'intérieur du réacteur ;
- assurer la réaction chimique.

Dans le cas de l'application décrite, la réaction chimique ne consomme qu'une faible fraction du gaz. Il est alors avantageux, comme on l'a illustré sur
10 la figure 1, de recycler le gaz en excès par une canalisation 64, depuis un piquage situé sur la canalisation 48, à la sortie du réacteur 10, jusqu'à la canalisation 26 d'introduction des gaz, en passant par
15 un dispositif de recirculation 66.

Le débit d'injection de l'hydrogène (flèches F1), qui dépend de la pression, est suffisant pour créer une circulation ascendante du liquide et du catalyseur solide dans la région centrale 18 du
20 réacteur, comme l'illustrent les flèches F3 sur la figure 1. Il doit cependant être limité, pour éviter que la fraction liquide sortant du réacteur entraîne trop de particules solides risquant de colmater le filtre 36.

25 Lorsque le fluide ainsi mis en circulation dans la région centrale 18 parvient dans la région supérieure 30, la majeure partie du liquide ainsi que la totalité du catalyseur solide sont recyclées. Ils redescendent donc dans la région annulaire 22, comme
30 l'illustre la flèche F4. La circulation en boucle fermée ainsi créée à l'intérieur du réacteur 10 favorise la réaction de réduction du nitrate d'uranyle

en nitrate uraneux, du fait que le catalyseur solide est dispersé dans l'ensemble du réacteur.

Pour que la réaction de réduction s'effectue dans les meilleures conditions, il est important de
5 maintenir la pression d'hydrogène à un niveau compris de préférence entre environ 30 bars et environ 60 bars. Le niveau N du liquide dans la région supérieure 30 est maintenu automatiquement au niveau de la canalisation de trop plein 42.

10 Conformément à l'invention, le maintien de la pression dans le réacteur 10 et du niveau dans le séparateur haute pression 52 est obtenu efficacement en agissant à la fois sur les vannes 56 et 60. La
15 régulation ainsi effectuée permet de contrôler efficacement la pression dans le réacteur, du fait que les fluctuations des mesures de niveau et de pression sont atténuées dans le séparateur 52 par rapport au réacteur (les fluctuations de niveau et de pression dans le réacteur sont dues au bouillonnement provoqué
20 par le gaz).

La réaction de réduction du nitrate d'uranyle est une réaction fortement exothermique. Afin d'éviter la survenance de réactions parasites, il est donc souhaitable de maintenir la température à l'intérieur
25 du réacteur 10 à des niveaux compris de préférence entre environ 10°C et environ 20°C.

Ce résultat peut être obtenu aisément en équipant l'enveloppe extérieure 12 ainsi que la cloison cylindrique 24 de moyens de refroidissement. Ces moyens
30 de refroidissement peuvent notamment inclure une circulation d'un fluide réfrigérant tel que de l'eau dans des structures à double enveloppe (figure 1).

En cas de baisse d'activité du catalyseur, il est possible soit de vidanger automatiquement celui-ci par une canalisation de purge 68 débouchant juste au-dessus de la plaque de répartition 16, soit de
5 procéder à une régénération du catalyseur à l'intérieur même du réacteur 10.

Dans ce dernier cas, la régénération est effectuée en vidangeant la totalité des liquides contenus dans le réacteur par une canalisation de
10 vidange (non représentée) débouchant dans le fond du réacteur. Cette canalisation de vidange peut présenter une partie commune avec la canalisation 20 servant à introduire le liquide ou être totalement séparée de celle-ci.

15 Le réacteur est ensuite rempli d'eau. L'injection de l'eau s'effectue dans la région inférieure 14 du réacteur soit par la canalisation 20, soit une canalisation distincte.

On procède ensuite à un barbotage à l'aide d'un
20 gaz inerte tel que de l'azote dans le cas de l'application considérée, pendant un temps déterminé. Le gaz est injecté dans le réacteur par la canalisation 26 et le dispositif 28. Ce temps peut être d'environ une demi-heure dans l'application considérée.

25 L'eau est ensuite vidangée et le réacteur peut être à nouveau mis en route.

En plus de ces avantages liés à la manipulation du catalyseur, l'installation décrite permet de simplifier grandement la maintenance ainsi que la
30 conduite du réacteur.

En effet, du fait que le réacteur 10 est de type gazosiphon, le catalyseur est entraîné avec le liquide. Il n'est donc soumis à aucune pression

mécanique. Aucune autre intervention que la régénération ou le remplacement du catalyseur n'est nécessaire.

Par ailleurs, l'utilisation d'un réacteur de type gazosiphon permet d'assurer une circulation en boucle fermée entre la région centrale 18 et la région annulaire 22. Cette circulation, induite par la différence de masse volumique des fluides entre ces deux parties, crée une bonne homogénéité thermique qui permet de contrôler la température du milieu de façon particulièrement simple, seulement grâce à deux capteurs.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée au mode de réalisation qui vient d'être décrit, mais en couvre toutes les variantes immédiatement accessibles à un homme du métier. En particulier, comme on l'a déjà mentionné, le procédé et l'installation selon l'invention peuvent être utilisés pour la mise en œuvre de toute réaction chimique triphasique sous pression mettant en présence une phase gazeuse, une phase liquide et une troisième phase qui peut être, selon le cas, liquide ou solide. Ainsi, l'invention peut être utilisée, par exemple, pour mettre en œuvre une réaction chimique liquide-liquide accélérée par un gaz vecteur, ou encore pour mettre en œuvre une réaction d'oxydation d'un minerai, tel qu'un minerai d'uranium, en milieu acide, sous atmosphère d'oxygène.

REVENDICATIONS

1. Procédé de mise en oeuvre d'une réaction chimique triphasique sous pression, impliquant une phase gazeuse et deux phases non gazeuses, dont l'une au moins est liquide, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- mise en circulation, en boucle fermée et à co-courant, des deux phases non gazeuses, dans un réacteur (10), par injection de la phase gazeuse dans le bas d'une région centrale (18) du réacteur (10), de façon à créer une circulation ascendante dans ladite région centrale et descendante dans une région annulaire (22) du réacteur (10) séparée de la région centrale par une cloison cylindrique (24) ;
- séparation et récupération, dans une région supérieure (30) du réacteur, de la phase gazeuse en excès et d'une fraction liquide ;
- acheminement séparé de la phase gazeuse en excès et de la fraction liquide dans un séparateur haute pression (52) extérieur au réacteur (10) ; et
- régulation de la pression dans le réacteur (10) et du niveau dans le séparateur haute pression (52), par réglage d'un débit de gaz et d'un débit de liquide sortant du séparateur haute pression (52).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on récupère la fraction liquide dans ladite région supérieure, par un piquage latéral (32) placé derrière une paroi profilée (34) infléchissant la circulation vers la région annulaire (22) du réacteur (10), et on filtre la fraction liquide à l'entrée dudit piquage (32).

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel on met en œuvre une réaction de réduction sous pression d'un produit liquide par un agent réducteur gazeux, en présence d'un catalyseur solide.

4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel on régénère périodiquement le catalyseur solide à l'intérieur du réacteur (10), en mettant en œuvre les étapes suivantes :

- 10 - vidange de la phase liquide ;
- remplissage du réacteur (10) en eau ;
- barbotage à l'aide d'un gaz inerte, pendant un temps déterminé ;
- vidange de l'eau.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 et 4, dans lequel la réaction de réduction mise en œuvre est une réaction de réduction du nitrate d'uranyle par l'hydrogène, en présence de platine sur un support en silice.

6. Installation de mise en œuvre d'une réaction chimique triphasique sous pression, impliquant une phase gazeuse et deux phases non gazeuses, dont l'une au moins est liquide, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 25 - un réacteur (10) incluant une région centrale (18) et une région annulaire (22), séparées par une cloison cylindrique (24), des moyens (26,28) pour injecter la phase gazeuse dans le bas de la région centrale (18), pour créer une circulation en boucle fermée et à co-courant des deux phases non gazeuses,
- 30 ascendante dans la région centrale et descendante dans la région annulaire ; ledit réacteur (10) incluant de plus une région supérieure (30) de

séparation et de récupération de la phase gazeuse en excès et d'une fraction liquide ;

- un séparateur haute pression (52) extérieur au réacteur (10) et relié à la région supérieure (30) de celui-ci, afin d'acheminer séparément dans le
5 séparateur (52) la phase gazeuse en excès et la fraction liquide ; et
- des moyens de réglage (56,60) d'un débit de gaz et d'un débit de liquide sortant du séparateur haute
10 pression, afin de réguler la pression dans le réacteur (10) et le niveau dans le séparateur haute pression (52).

7. Installation selon la revendication 6, dans laquelle un piquage latéral (32) de récupération de la
15 fraction liquide débouche dans la région supérieure (30) du réacteur, derrière une paroi profilée (34) implantée dans ladite région supérieure de façon à infléchir la circulation vers ladite région annulaire (22) du réacteur, des moyens de filtrage (36) étant
20 placés à l'entrée du piquage.

FIG. 1

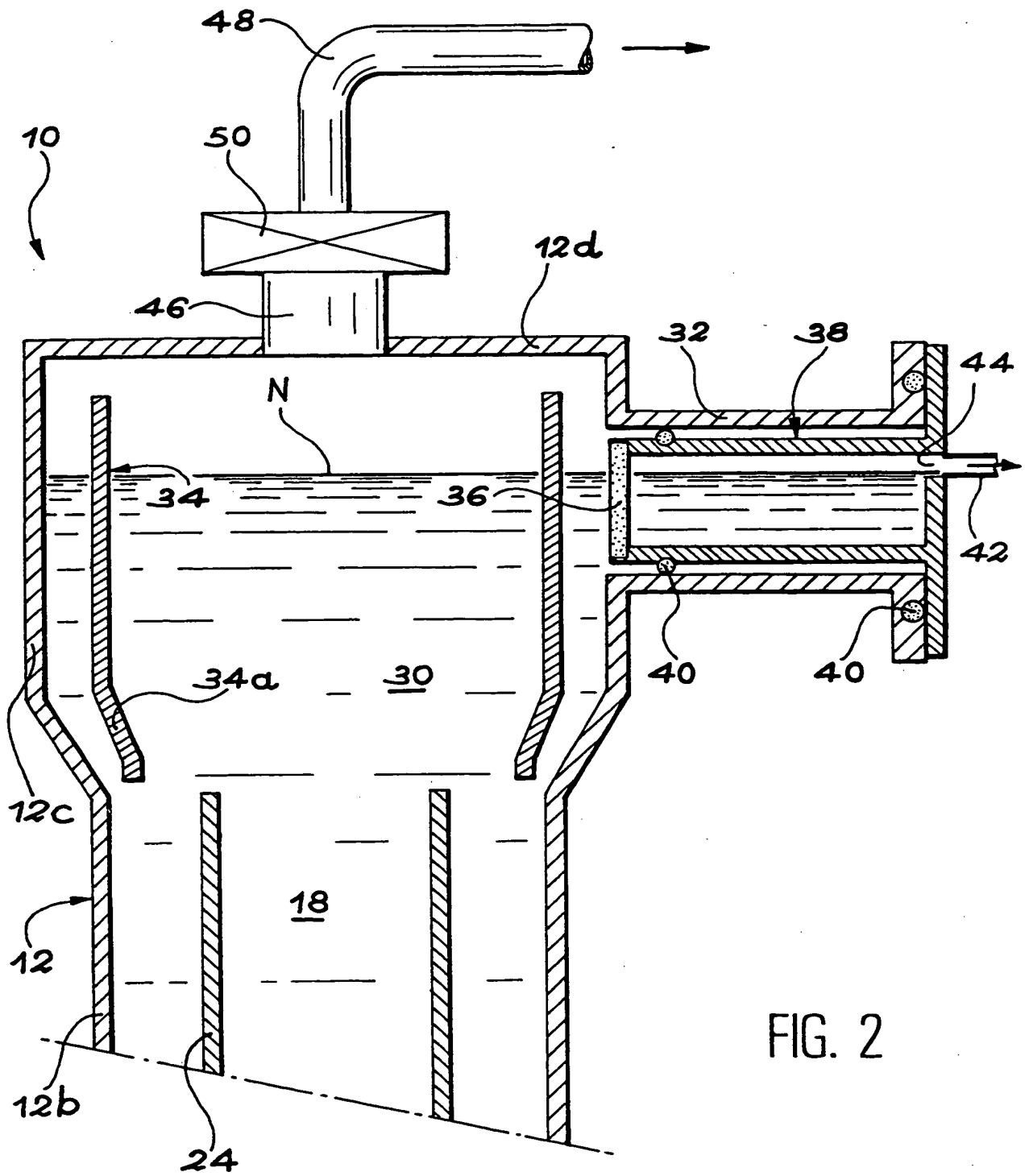


FIG. 2